

# Влияние температуры деформации на микроструктуру сплава для постоянных магнитов Fe-30Cr-Co8, подвергнутого сложному нагружению.

Корзникова Г.Ф.<sup>†</sup>

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Халтурина 39, 450001 Уфа

<sup>†</sup> korznikova@anrb.ru

## Influence of deformation temperature on the microstructure of hard magnetic Fe-30Cr-Co8 alloy subjected to complex loading

G.F. Korznikova

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

Приведены результаты экспериментального исследования структуры и микротвердости магнитотвердого сплава Fe-30%Cr8%Co при сложном двухступенчатом нагружении по схеме растяжение-кручение. Обнаружено, что при всех температурах деформации формируется градиентная структура, с минимальным размером зерен на внешней поверхности цилиндрической поверхности образца. Показано, что наиболее эффективно размер зерен уменьшается при 800°C.

**Ключевые слова:** градиентная структура, сложное нагружение, высокопрочные магниты.

The paper reports on experimental study of the structure and microhardness of Fe-30%Cr8%Co hard magnetic alloy under complex two-stage loading by tension and torsion. It was found that at all temperatures strain formed a gradient structure with a minimum grain size on the outer layer of the cylindrical surface of the sample. It is shown that the most effective grain size reduction occurs at a temperature of 800 °C.

**Keywords:** gradient structure, complex loading, high-strength magnet.

### 1. Введение

Постоянные магниты, изготовленные из магнитотвердых материалов, находят широкое применение в различных отраслях науки и техники, являясь важнейшими элементами многих устройств [1]. В зависимости от условий работы к этим материалам, наряду с магнитными свойствами, предъявляют комплекс требований по характеристикам прочности, термической устойчивости, трещиностойкости, хрупкости и др. Так, при разработке сверхскоростных электрических машин решение проблем увеличения мощности роторов турбодвигателей, турбогенераторов, маховичных аккумуляторов, вращающихся с очень высокими скоростями, связано с повышением механических свойств в зоне рабочих поверхностей магнитных элементов. Получение заданных механических свойств в магнитах можно обеспечить за счет усовершенствования технологии и режимов термомеханической обработки. Одним из современных способов термомеханической обработки является метод сложного нагружения, который заключается в последовательной или одновременной деформации сплошной

или трубчатой заготовки при выбранной температуре по схеме кручения с добавлением компонент растяжения либо сжатия [2]. Сложное двухступенчатое нагружение по схеме осадка с кручением в широком интервале температур горячей деформации было успешно применено к магнитотвердым сплавам Fe-30%Cr8%Co (30X8K) и Fe-25%Cr15%Co (25X15K) для получения образцов в форме таблеток с градиентной структурой [3]. Изготовление осесимметричных деталей с ультрамелким зерном на боковой поверхности возможно при использовании схемы нагружения, включающей растяжение и кручение на образцах с фиксированными захватами. Ранее на образцах сплава Fe-30%Cr8%Co было показано, что применение такой схемы нагружения позволяет в зависимости от степени деформации на этапах растяжения и кручения получать в заготовках микроструктуру от однородной микрокристаллической до градиентной с размером зерен на поверхности и внутри заготовки отличающимся на порядок [4]. Указанные эксперименты проводили при температуре 850°C что соответствует интервалу температур сверхпластичности сплавов системы Fe-Cr-Co. Целью настоящей работы

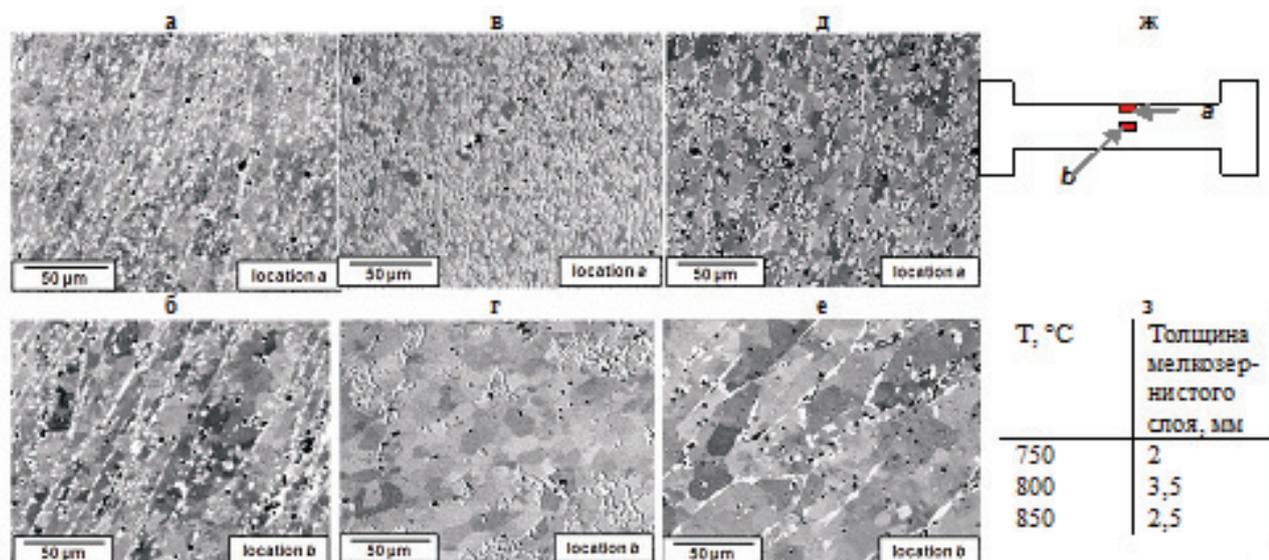


Рис.1. Микроструктура образцов после деформации при 750°C (а,б), 800°C (в,г), 850°C (д, е) вблизи поверхности (а, в, д) и в центре образцов (б, г, е), как указано на схеме ( ж ), а также толщина мелкозернистого слоя в образцах (з).

являлась оценка влияния температуры деформации по схеме растяжение с кручением на структуру и характер упрочнения в магнитотвердом сплаве Fe-30Cr8Co.

## 2.Материал и методики исследования

Сплавы системы Fe-Cr-Co относятся к группе деформируемых магнитотвердых материалов дисперсионно-твердеющего класса, причем деформация обычно осуществляется при температурах выше 800°C [1]. Высокотемпературное состояние в них формируется за счет расщепления  $\alpha$ -твердого раствора на когерентно связанные сильномагнитную  $\alpha_1$  и слабомагнитную  $\alpha_2$  фазы в процессе термомагнитной обработки и последующего ступенчатого отпуска при температурах ниже 650°C. В качестве материала исследования был выбран сплав Fe-30вес.%Cr-8%Co с пониженным содержанием Co [5]. Использование низкокобальтового сплава с открытой  $\alpha$ -областью позволяет избежать высокотемпературного нагрева после деформирования и, тем самым, сохранить полученную мелкозернистую градиентную структуру в конечном изделии.

Литые заготовки сплава Fe-30%Cr8%Co закаляли от 1200°C в воду. Из закаленной на однофазный  $\alpha$ -твердый раствор заготовки вырезали образцы в форме гантелей с рабочей частью диаметром 8 мм и длиной 45 мм. Деформацию проводили в два этапа: на первом этапе использовали схему растяжение, а на втором - кручение. Скорость деформации при растяжении составила  $4 \cdot 10^{-3} \text{c}^{-1}$ , при кручении -  $4 \cdot 10^{-2} \text{c}^{-1}$ . Образцы подвергали растяжению на 20% и кручению на 9 оборотов. Степень деформации при такой схеме неоднородна в радиальном направлении и максимальна на поверхности образцов [2]. Температура деформации (750, 800, 850°C), как и скорость деформирования соответствуют оптимальным температурно-скоростным условиям сверхпластичности для сплавов системы Fe-Cr-Co [6].

Карты распределения разориентировок границ зерен получали методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD – Electron Back-Scatter Diffraction) на

растровом электронном микроскопе XL 30 ESEM при ускоряющем напряжении 15 кВ с шагом сканирования 0,3 мкм. Тонкую структуру образцов исследовали в просвечивающем электронном микроскопе JEM 2000EX при ускоряющем напряжении 160 кВ.

Микротвердость определяли по методу Викерса при нагрузке 0,2 кг на продольных сечениях образцов в радиальном направлении. Шаг измерений составил 0,5 мм.

## 3.Результаты и их обсуждение

Рентгеноструктурный анализ показал, что в исходном состоянии сплав Fe-30Cr-8Co является однофазным и представляет собой  $\alpha$  твердый раствор. Средний размер зерен, определенный металлографически составляет 70 мкм.

Анализ микроструктуры на продольных сечения деформированного образца показал, что при всех исследованных температурах сформировалась структура градиентного типа с максимальным измельчением зерна в поверхностном слое, где степень деформации была наибольшей (рис.1.). Самое существенное уменьшение размера зерна наблюдалась при 800°C, причем при этой же температуре толщина мелкозернистого слоя с размером зерен менее 10 мкм оказалась тоже наибольшей. Следует отметить, что только при этой температуре зерна  $\alpha$  фазы были глобулярными в поверхностном слое образца, в то время как при 750 и 850°C зерна  $\alpha$  фазы были вытянуты в направлении, перпендикулярном к оси растяжения. Фазовый контраст позволяет выявить субзернистую структуру, которая более четко видна в центральной части образцов (рис.1б, г и е) и свидетельствует о развитии динамического возврата при деформации. Выделения  $\sigma$  фазы (Fe-Cr) размером около 5 мкм (светлые зерна на рис. 1) наблюдаются при всех температурах деформации. Наличие  $\sigma$  фазы было также подтверждено рентгеноструктурным анализом.  $\sigma$  фаза выпадает как правило, на границах зерен  $\alpha$  фазы. Это подтверждает диффузионный характер ее выделения. Максимальное количество выделений наблюдается на участках интенсивной деформации. Например, в соответствии с данными EBSD,

**Таблица 1.**

Фазовый состав и распределение разори-ентировок границ зерен в образцах сплава Fe-30Cr-8Co после деформации при различных температурах.

Температура деформации °С	Место съемки	Объемная доля фаз%		Доля границ	
		α	σ	МУГ	ВУГ
750	участок а	88	12	63	37
	участок b	98	2	84	16
800	участок а	57	43	29	71
	участок b	88	12	47	53
850	участок а	78	22	57	43
	участок b	90	10	64	36

доля σ фазы в поверхностном слое (участок а, на схеме на рис. 1 ж) была 12, 43, 22% для 750, 800 и 800°С соответственно, а в средней части образцов (местоположение b) только 2, 12, 10% (таблица 1). Следует отметить, что σ фаза для рассматриваемого сплава, в соответствии с равновесной диаграммой состояния, может существовать при температурах 560-800°С, однако процесс ее выделения длителен и требует сотен часов отжига [7].

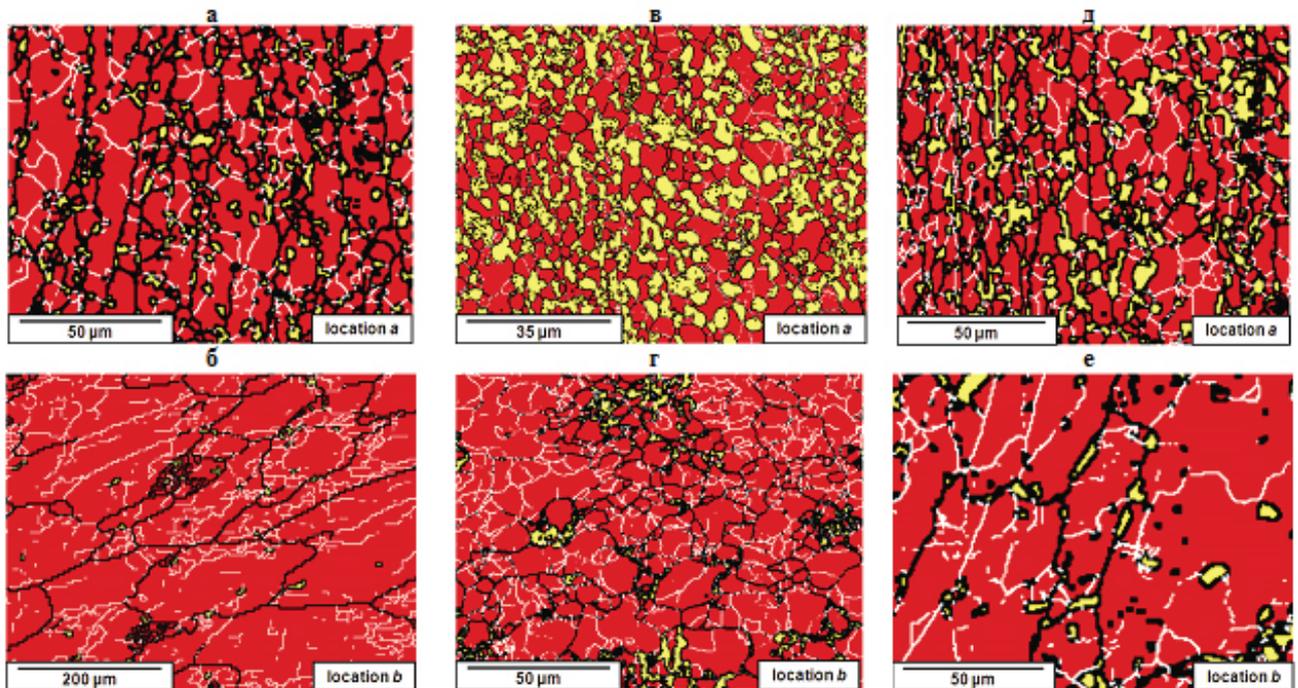
Таким образом, деформация активировала выделение σ фазы. Разница в объемной доле σ фазы между образцами деформированными при 800°С, в котором наблюдался максимум, и 750°С связана с сильной термической активацией диффузионных процессов. Снижение количества выделений при 850°С обусловлено тем, что σ фаза в соответствии с диаграммой фазового равновесия нестабильна при этой температуре. Аналогичное стимулированное деформацией выделение σ фазы наблюдали в данном сплаве при деформировании кручением и сжатием [8].

Вполне вероятно, что выделение σ фазы вызвало дополнительное измельчение микроструктуры при 800°С. Поскольку σ фаза выпадает преимущественно по границам зерен α фазы, это затрудняет движение дислокаций и передачу деформации от зерна к зерну, что в свою очередь приводит к повышению плотности дислокаций внутри зерен α фазы и к уменьшению их размера. Размер зерен α фазы после деформации при 750 и 850°С на поверхности образцов составил 35 мкм, в то время как после деформации 800°С лишь 8 мкм.

Для получения более полной картины эволюции микроструктуры при сложном нагружении были построены карты распределения ориентаций границ зерен методом EBSD (рис. 2). На картах большеугловые границы более 13° обозначены жирными черными линиями, малоугловые границы более 3,5° обозначены тонкими черными линиями, зерна α фазы - темные, σ фазы - светлые. Подробный анализ спектра ориентировок границ зерен показал, что доля высокоугловых разориентаций границ зерен (ВУГ) в поверхностном слое всех деформированных образцов выше, чем в объеме материала (таблица 1).

Максимальное количество высокоугловых границ зерен наблюдался в образце, деформированном при 800°С. В центральной зоне всех деформированных образцов была выявлена сильно развитая субзеренная структура α фазы (рис. 2 б, г, е). Максимальное количество малоугловых границ зерен (МУГ) было выявлено в образце, деформированном при самой низкой температуре. -750°С

Электронномикроскопический анализ тонкой фольги подготовленной из поверхностного слоя образца деформированного при 800°С выявил структуру с зернами α и σ фаз со средним размером около 3 мкм (фиг. 3а, б). Зерна σ фазы имеют в основном равноосную форму и расположены в тройных стыках зерен α фазы. Эти зерна не содержат дислокаций (темный цвет на рис. 3б) и их доля достигает 40%. Зерна α фазы имеют более вытяну-



**Рис. 2.** Карты с обозначением малоугловых и большеугловых границ зерен вблизи поверхности (а, в, д), в центре вдоль оси (б, г, е) образцов после деформации при 750°С (а,б), 800°С (в,г), 850°С (д, е). красным- α фаза, желтым - σ фаза (в on-line версии журнала).

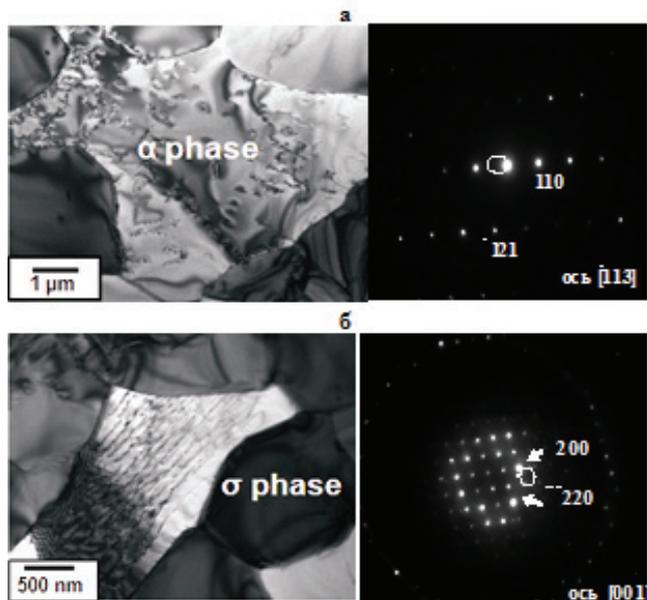


Рис. 3. Микроструктура и электронограммы с зерен  $\alpha$  фазы (а) и  $\sigma$  фазы (б) вблизи поверхности образца после деформации при 800°C.

тую форму, содержат высокую плотность дислокаций, в некоторых зернах видны дислокационные стенки. В целом, данные просвечивающей микроскопии согласуются с данными EBSD анализа.

Измерения микротвердости показали значительное увеличение твердости на поверхности образцов. Максимальная твердость наблюдалась в образце, деформированном при 800°C. В этом образце повышение твердости на поверхности материала составило около 30% по сравнению с центральной частью, и около 40% по сравнению

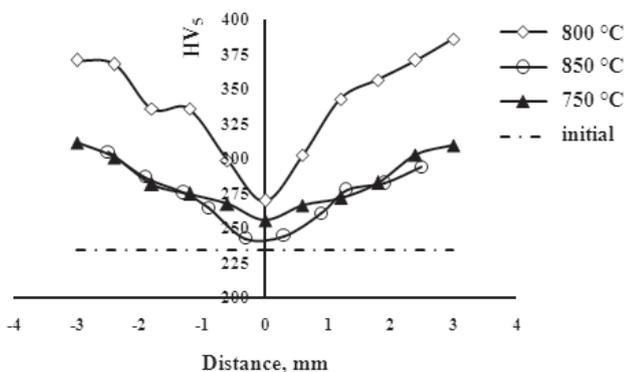


Рис. 4. Распределение микротвердости в образцах, деформированных при 750, 800 and 850 °C. Значение микротвердости недеформированного состояния показано штрихпунктирной линией.

с исходным состоянием. Значительное увеличение твердости на поверхности вызвано, по-видимому, как уменьшением размера зерен, так и наличием твердых зерен  $\sigma$  фазы в материале.

Необходимо отметить, что интерметаллидная  $\sigma$  фаза немагнитна, поэтому для полного растворения  $\sigma$  фазы и достижения стандартных магнитных характеристик перед термомагнитной обработкой необходим дополнительный нагрев до температур выше 900°C [8].

Изучение магнитных и механических свойств образцов сплавов Fe-Cr-Co, подвергнутых сложному нагружению, является предметом дальнейших исследований.

#### 4. Заключение

Деформация сложным нагружением, включающим растяжение и кручение образцов сплава Fe-30Cr-8Co приводит к формированию градиентной структуры с минимальным размером зерен в поверхностном слое материала. Преимуществом такой градиентной микроструктуры является постепенное непрерывное изменение свойств материала.

Деформация стимулирует выделение интерметаллидной  $\sigma$  фазы. Наибольшее количество выделений выявлено в наиболее деформированном поверхностном слое образцов. Выделение зерен  $\sigma$  фазы вызывает измельчение зерен  $\alpha$  фазы.

Температура 800°C наиболее эффективна как для интенсивного уменьшения размера зерен, так и для выделения  $\sigma$  фазы в поверхностном слое образца.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 12-08-97008-р-поволжье.*

#### Литература

- V.V. Sergeev, and T.I. Bulygina. Magnetically Hard Materials, Moscow: Energiya (1980) 223 p. (in Russian). [Сергеев В.В., Булыгина Т.И. Магнитотвердые материалы. М.: Энергия. (1980) 223с].
- R.M. Kashaev, G.F. Korznikova, A.V. Korznikov. Perspektivnyye materialu. (in Russian). 12, 213 (2011) [Р.М. Кашаев, Г.Ф. Корзникова, А.В. Корзников. Перспективные материалы. 12, 213 (2011)].
- G. Korznikova, A. Korznikov. Materials Science & Engineering A 503, 99 (2009).
- G.F. Korznikova. Letters on Materials 2(3) 126 (2012). [Г.Ф. Корзникова. Письма о материалах 2(3) 126 (2012)].
- A.I. Milyayev, Yu. V. Kovneristuy, S.P. Yefimenko, G.F. Korznikova. Fizika i Khimiya obrabotki materialov.3, 86 (2003) (in Russian). [А.И.Миляев, Ю.В.Ковнеристый, С.П.Ефименко, Г.Ф.Корзникова . Физика и химия обработки материалов. 3. 86 (2003)].
- A.V. Korznikov. G.F. Korznikova, R.G. Zaripova, A.A. Zakirova. Letters on Materials. 2 (3), 170 (2012) (in Russian), [А.В. Корзников, Г.Ф.Корзникова , Р.Г.Зарипова , А.А Закирова . Письма о материалах. 2 (3), 170 (2012)].
- K. Racka-Dzietko. Struktura i właściwości magnetyczne nanocząstek Fe-Cr w funkcji zawartości chromu. Ph. D. Thesis, Warszawa 25 (2007) (in Polish).
- A.Korneva, M.Bieda-Niemiec, G.Korzniokova, K. Sztwiertnia. International Journal of Materials Research 9, 991(2008).